

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-239810

(43)Date of publication of application : 30.08.1994

(51)Int.Cl.

C07C211/52
C07C208/58
C07C233/07
C07C253/30
C07C255/50

(21)Application number : 05-051581

(22)Date of filing : 17.02.1993

(71)Applicant : ASAHI GLASS CO LTD

(72)Inventor : KUMAI SEISAKU
SEKI TAKASHI
SUGIMOTO KOJI

(54) PRODUCTION OF 3,5-DIFLUOROANILINE

(57)Abstract:

PURPOSE: To produce 3,5-difluoroaniline from an easily available raw material in reduced processes.

CONSTITUTION: This method for producing 3,5-difluoroaniline comprises reacting pentafluorobenzonitrile with a metal halide complex, hydrolyzing the produced 3,5-difluorobenzonitrile and subsequently subjecting the produced 3,5- difluorobenzamide to a Hofmann reaction.

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-239810

(43)公開日 平成6年(1994)8月30日

(51)Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 211/52		9280-4H		
209/58				
233/07		7106-4H		
253/30				
255/50		9357-4H		
審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 3 頁)				

(21)出願番号	特願平5-51581	(71)出願人	000000044 旭硝子株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
(22)出願日	平成5年(1993)2月17日	(72)発明者	熊井 清作 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社中央研究所内
		(72)発明者	関 隆司 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社中央研究所内
		(72)発明者	杉本 耕治 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地 旭硝子株式会社中央研究所内
		(74)代理人	弁理士 泉名 謙治

(54)【発明の名称】 3, 5-ジフルオロアニリンの製造方法

(57)【要約】

【目的】入手容易な原料を用い、少ない工程で3, 5-ジフルオロアニリンを製造する。

【構成】ペンタフルオロベンゾニトリルを水素化金属錯体と反応せしめて3, 5-ジフルオロベンゾニトリルとし、つぎに加水分解反応により3, 5-ジフルオロベンズアミドとし、つぎにホフマン反応せしめることによる3, 5-ジフルオロアニリンの製造方法。

ドの20mlを仕込み、滴下ロートを用いてペンタフル
 オロベンゾニトリル10g (0.052mol)のN,
 N-ジメチルホルムアミド(20ml)溶液を-10℃
 でゆっくりと滴下した。その後、室温で5時間攪拌し
 た。反応溶液を塩化メチレンで抽出し、水洗後、溶媒を
 減圧下で留去した。残液を減圧下に蒸留することによ
 り、3, 5-ジフルオロベンゾニトリル3.0g (収率
 42%)を得た。

【0012】【例2】3, 5-ジフルオロベンゾニトリ
 ルの製造

攪拌器、還流冷却器、温度計および滴下ロートをつけた
 100mlの4つ口フラスコに、NaBH₄CNの1
 0.1g (0.16mol)およびN, N-ジメチルホ
 ルムアミドの20mlを仕込み、滴下ロートを用いてペ
 ンタフルオロベンゾニトリル10g (0.052mo
 l)のN, N-ジメチルホルムアミド(20ml)溶液
 を0℃でゆっくりと滴下した。その後、室温で4時間攪
 拌した。反応溶液を塩化メチレンで抽出し、水洗後、溶
 媒を減圧下で留去した。残液を減圧下に蒸留することによ
 り、3, 5-ジフルオロベンゾニトリル2.5g (収
 率34%)を得た。

【0013】【例3】3, 5-ジフルオロベンズアミド
 の製造

攪拌器、還流冷却器、温度計および滴下ロートをつけた
 100mlの4つ口フラスコに、例1または例2で得ら
 れる3, 5-ジフルオロベンゾニトリルの20g (0.
 144mol)と96%濃硫酸(90ml)の溶液を調

製した。この溶液を110~120℃に保ち、4時間攪
 拌した。冷却後、反応溶液を氷水に注ぎ、酢酸エチルで
 抽出した。有機層を水洗し、無水硫酸マグネシウムで乾
 燥後、減圧下で酢酸エチルを留去することにより、3,
 5-ジフルオロベンズアミド17.2g (収率76%)
 を得た。

【0014】【例4】3, 5-ジフルオロアニリンの製
 造

攪拌器、還流冷却器、温度計および滴下ロートをつけた
 100mlの4つ口フラスコに、水酸化ナトリウム9.
 6g (0.24mol)および水50mlを入れ、水酸
 化ナトリウムが溶けた後、寒剤浴で充分冷やした。つぎ
 に、この水溶液を微しく攪拌しながら、臭素3.96m
 l (0.077mol)をゆっくり加えた。つぎに例3
 で得られる3, 5-ジフルオロベンズアミド10g
 (0.063mol)を加え、この混合物を0℃で30
 分間激しく攪拌した。さらに、70~75℃に保ち、2
 時間攪拌した。反応溶液を冷却した後、塩化メチレンで
 抽出した。塩化メチレン層を水洗し、無水硫酸マグネシ
 ウムで乾燥後、減圧下に塩化メチレンを留去した。残液
 を減圧下で蒸留することにより、3, 5-ジフルオロア
 ニリン6.8g (収率84%)を得た。

【0015】

【発明の効果】本発明方法は従来法に比べ、入手容易な
 原料から、安全かつ少ない工程で効率的に3, 5-ジフ
 ルオロアニリンを得ることができる。